

013424206

WPI Acc No: 2000-596149/200057

XRAM Acc No: C00-178209

XRPX Acc No: N00-441574

Hydrophilic non-woven fabric for absorption goods, is coated with hydrophilization agent containing predetermined amount of alkyl phosphate salt, glycine derivative and polyalkylene amido dialkyl glycine derivatives

Patent Assignee: OJI PAPER CO (OJIP )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 2000170076	A	20000620	JP 98345746	A	19981204	200057 B

Priority Applications (No Type Date): JP 98345746 A 19981204

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

JP 2000170076 A 7 D06M-013/288

Abstract (Basic): JP 2000170076 A

NOVELTY - The hydrophilic non-woven fabric consisting of thermoplastic resin is coated with 0.1-20 wt.% of hydrophilization agent which consists 50-80 wt.% of alkyl phosphate salt, 10-30 wt.% of ~~trialkyl glycine derivative~~ and 5-20 wt.% of (poly)alkyl polyalkylene amido dialkyl glycine derivatives. The contact angle measured when 1 wt.% of aqueous hydrophilization agent is coated on thermoplastic resin is 50-70degrees.

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for absorption goods. An absorber is arranged between liquid permeable surface sheet and/or liquid impermeable back side sheet.

USE - For absorption goods (claimed) such as disposable diaper and sanitary products.

ADVANTAGE - Since hydrophilization agent is coated uniformly on non-woven fabric, the permeability of liquid is improved. The rate of absorption of non-woven fabric is improved and the amount of reversion is reduced. The non-woven fabric is safe and does not cause skin irritation.

pp: 7 DwgNo 0/0

Title Terms: HYDROPHILIC; NON; WOVEN; FABRIC; ABSORB; GOODS; COATING; AGENT; CONTAIN; PREDETERMINED; AMOUNT; ALKYL; PHOSPHATE; SALT; GLYCINE; DERIVATIVE; AMIDO; GLYCINE; DERIVATIVE

Derwent Class: A96; D22; E19; F07; P32; Q34

International Patent Class (Main): D06M-013/288

International Patent Class (Additional): A61F-013/15; A61F-013/45;

B65D-065/42; D06M-013/342

File Segment: CPI; EngPI

?s an=jp 90202345

S8

1 AN=JP 90202345

?t s8/5/all

8/5/1

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI

(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

008526798

WPI Acc No: 1991-030882/199105

XRAM Acc No: C91-013180

Re-wettable polyolefin fibre prodn. for disposable diapers, etc. - using castor oil, derivs. and/or polymethyl-siloxane(s) to reduce wash-out

Patent Assignee: HERCULES INC (HERC )

Inventor: SCHMALZ A C

Number of Countries: 017 Number of Patents: 011

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
EP 410485	A	19910130	EP 90114492	A	19900727	199105 B
AU 9059949	A	19910131				199112
CA 2022147	A	19910129				199116
JP 3082871	A	19910408	JP 90202345	A	19900730	199120
ZA 9005931	A	19910529	ZA 905931	A	19900727	199126
US 5045387	A	19910903	US 89386316	A	19890728	199138
EP 410485	B1	19960320	EP 90114492	A	19900727	199616
DE 69025999	E	19960425	DE 625999	A	19900727	199622
			EP 90114492	A	19900727	
ES 2084625	T3	19960516	EP 90114492	A	19900727	199627
CA 2022147	C	19980707	CA 2022147	A	19900727	199838
JP 3004690	B2	20000131	JP 90202345	A	19900730	200010

Priority Applications (No Type Date): US 8386315-A 19890728  
Cited Patents: Jnl. Ref; EP 32543; FR 2341691; JP 63211369; US 3853601; US  
3968042; US 4361611; US 4578414; EP 325543

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
EP 410485	A		6		
Designated States (Regional): AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE					
JP 3004690	B2		5	D06M-015/643	Previous Publ. patent JP 3082871
US 5045387	A		5		
EP 410485	B1 E		7	D06M-013/224	
Designated States (Regional): AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI NL SE					
DE 69025999	E			D06M-013/224	Based on patent EP 410485
ES 2084625	T3			D06M-013/224	Based on patent EP 410485
CA 2022147	C			D06M-013/224	

② Abstract (Basic): EP 410485 A

A method of imparting hydrophilic properties to nonwoven material contg. hydrophobic polyolefin fibre or fibrillated film comprises applying an aq. alkoxylated surfactant compsn. which comprises (A) at least 80% of alkoxylated or alkoxylated and hydrogenated triglyceryl esters of 18C fatty acids including a major proportion of alkoxylated or alkoxylated and hydrogenated ricinolein, or (B) a water-soluble polyalkoxylated polymethylsiloxane combined with an anti-static cpd., or (C) 0.5-80% (A) and 20-99.5% (B); the surfactant comprising 0.2-2 wt.% of the substrate, and then forming the substrate into the nonwoven material.

USE/ADVANTAGE - The method is used in the prepn. of personal hygiene prods., e.g. catamenial devices, disposable diapers, incontinence pads, and provides better fluid control with reduced wash-out and leaching under repeated wettings. Bonding properties under high-speed commercial operations are not impaired. (6pp Dwg. No. 0/0)

Title Terms: WET; POLYOLEFIN; FIBRE; PRODUCE; DISPOSABLE; DIAPER; CASTOR; OIL; DERIVATIVE; POLY; METHYL; SILOXANE; REDUCE; WASHING

Derwent Class: A17; A32; A96; D22; F01; P32; P73

International Patent Class (Main): D06M-013/224; D06M-015/643

International Patent Class (Additional): A61F-013-46; B32B-027/00; D01F-011/06; D04H-001/00; D06M-013/22; D06M-013/292; D06M-015/64; D06M-101/18; D06M-101-20

File Segment: CPI; EngPI

?s pn=wo99/18279

S9 0 PN=WO99/18279

?s an=jp 98004481

S10 0 AN=JP 98004481

?logoff

06dec01 00:16:07 User009232 Session D237. 2

\$32.97 1.086 DialUnits File352

\$23.15 5 Type(s) in Format 5

\$23.15 5 Types

\$56.12 Estimated cost File352

KMKNET2 0.183 Hrs.

\$56.12 Estimated cost this search

\$56.42 Estimated total session cost 1.171 DialUnits

Logoff: level 01.10.01 D 00:16:07

\* NISNET \* :call cleared by request

[ms] circuit cleared

Clear PAD

Host requested clearing the call

HOST NAME?

\*

NO CARRIER

## ⑫ 公開特許公報(A) 平3-82871

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 平成3年(1991)4月8日

D 06 M 13/224

13/292

15/643

// D 06 M 101:18

9048-4L

審査請求 未請求 請求項の数 10 (全7頁)

⑭ 発明の名称 不織材料の親水性化方法

⑰ 特 願 平2-202345

⑱ 出 願 平2(1990)7月30日

優先権主張 ⑲ 1989年7月28日 ⑳ 米国(US)㉑ 386316

⑳ 発 明 者 アルフレッド・チャンドラー・シユマルツ アメリカ合衆国ジョージア州30208, コンヤーズ, ハーヴェスト・ドライブ 2594

㉒ 出 願 人 ハーキュルス・インコーポレーテッド アメリカ合衆国デラウェア州19894, ウィルミントン市ノース・マーケット・ストリート 1313, ハーキュルス・プラザ

㉓ 代 理 人 弁理士 湯浅 恭三 外4名

## 明細書の浄書(内容に変更なし)

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

不織材料の親水性化方法

## 2. 特許請求の範囲

1. 疎水性ポリオレフィン含有繊維またはフィブリル化フィルムを含む不織材料を、繊維またはフィブリル化フィルムの表面に水性アルコキシル化界面活性剤組成物を塗布することによって、親水性化する方法であって、界面活性剤組成物が主要部分のアルコキシル化レシノレインもしくはアルコキシル化/水素化レシノレインを含む、アルコキシル化もしくはアルコキシル化/水素化C<sub>18</sub>脂肪酸のトリグリセリドエステルまたは静電防止性化合物と組合せた水溶性ポリアルコキシル化ポリジメチルシロキサン少なくとも80重量%、または前記アルコキシル化レシノレインもしくはアルコキシル化/水素化レシノレイン0.5~80重量%と静電防止性化合物と組合せた水溶性ポリアルキレン改質ポリジメチルシロキサン20~99.5重量%を含み、界面活性剤組成物の量が繊維またはフィ

ブリル化フィルムの約0.2~2重量%であり、繊維またはフィブリル化フィルムから不織材料を成形することを特徴とする方法。

2. ポリアルコキシル化ポリジメチルシロキサンがポリエトキシ化ポリジメチルシロキサンであることをさらに特徴とする請求項1記載の不織材料の親水性化方法。

3. 静電防止剤がホスフェートに基づく静電防止剤であることをさらに特徴とする請求項2記載の不織材料の親水性化方法。

4. 静電防止剤がリン酸とアルコールの中和エステルであることをさらに特徴とする請求項3記載の不織材料の親水性化方法。

5. 界面活性剤組成物が約87%のリシノール酸を含む脂肪酸のアルコキシル化混合物または前記混合物の水素化誘導体を含むことをさらに特徴とする請求項1記載の不織材料の親水性化方法。

6. トリグリセリド脂肪酸の混合物をエトキシ化することをさらに特徴とする請求項1または5のいずれかに記載の不織材料の親水性化方法。

7. 界面活性剤組成物の量が繊維またはフィブリル化フィルムの約0.2~2重量%であることをさらに特徴とする請求項1~6のいずれかに記載の不織材料の親水性化方法。

8. 静電防止剤の量が繊維またはフィブリル化フィルムの0.1~0.3重量%であることをさらに特徴とする請求項1~7のいずれかに記載の不織材料の親水性化方法。

9. 疎水性ポリオレフィン含有繊維またはフィブリル化フィルムを含む不織材料を、繊維またはフィブリル化フィルムの表面に水性媒質中のポリエトキシシロキサンをホスフェートに基づく静電防止剤と共に塗布することによって親水性化することから成る、不織材料親水性化へのポリエトキシシロキサン使用。

10. 疎水性ポリオレフィン含有繊維またはフィブリル化フィルムを含む不織材料を繊維またはフィブリル化フィルムの表面に水性媒質中のリシノール酸約87%含有脂肪酸のアルコキシシロキサン混合物

または前記混合物の水素化誘導体を塗布することによって親水性化することから成る、不織材料親水性化へのリシノール酸約87%含有脂肪酸のアルコキシシロキサン混合物または前記混合物の水素化誘導体の使用。

### 3. 発明の詳細な説明

本発明は疎水性繊維またはフィブリル化フィルムを含む不織材料に、このような繊維またはフィブリル化フィルムの表面に水性アルコキシシロキサン界面活性剤組成物を塗布することによって親水性を与える方法および親水性を与えられた、このような不織材料に関する。

例えば月経用デバイス、使い捨ておむつ、失禁用パッド等のような身体衛生に用いられる製品は、通常1層以上の吸収性材料を含む流体吸収性パッド;吸収性コアを取り囲み、皮膚とコアとの接触を阻止して、コア中に既に吸収された流体を分離させる傾向を有する、実質的に非吸収性材料から成る上張りまたはカバースtock層;および着用者の衣服を吸収流体によるしみまたは濡れから保

-3-

護するための流体不浸透性バリアーシートをしばしば有する。

身体に接する側では、上張りまたはカバースtock材料が流体に対して浸透性であって表面流体保有率を最小にし、流体の吸収性コアへの即時の移動を促進し、着用者を既に濡れた吸収性材料との接触から保護しなければならない。カバースtock材料はその表面に沿っての流体の側方移動を抑制し、かつ滑らかで軟い感触でなければならない。カバースtock材料は、例えば不透明性、特別な着色、および光沢ある外面のような時には望ましい、付加的特性を有することもできる。

このような望ましい特性を得るために、カバースtockが、水性流体を直ちに受容して透過させるほどの親水性である。例えばポリオレフィン繊維またはフィルムのような、本質的には疎水性のポリマー材料を含まなければならないことが認められている。しかし、このような材料は数回の濡れ[技術上インサルト(insult)と専門的に呼ばれることもある]の後にもこの能力を維持すべきで

-4-

あり、これは達成するのが非常に困難な問題である。このような親水性の促進に用いる作用剤は浸出または「洗い出し(washout)」によってそれらの効果を減ずる、このような濡れの特有の傾向に耐える能力を有さなければならない。このことはおむつのカバースtockの場合に、液体の側方移動とひと度濡れた後の縁からの漏出とを避けるために特に重要である。また、このような作用剤による処理は最終製品の製造中に布帛結合段階と製品の湿潤強度を妨げてはならない。

米国特許第4,578,414号は、塊状溶解ポリマーにアルコキシシロキサンアルキルフェノールおよび/またはポリオキシアルキレン脂肪酸エステルまたはこれら的一方をトリグリセリドと共に含む界面活性剤を配合することを含む、ポリプロピレンを含めた疎水性ポリオレフィン繊維に表面湿潤性を与える方法を開示する。米国特許第3,853,601号は強電解質充てん電解セル中に入れた時にその短期間湿潤性を強化するためにポリオキシエチレンポリチメチルシロキサンを塗布することに

よる微孔質ポリプロピレンフィルムの親水性化方法を開示する。

日本特許第63211369号はおむつ等の吸水性不織表面シートに耐久性親水性仕上げを施すための、ポリプロピレンを含めた不織合成繊維のポリシロキサン-ポリオキシエチレンコポリマーによる処理を開示する。

しかし、反復濡れによる没出および洗い出しに対して大きな耐性を与え、良好な流体調節性を有し、営利的な高速作業下での結合性への妨害を減じするような方法が依然として必要とされている。

本発明により、疎水性ポリオレフィン含有繊維またはフィブリル化フィルムを含む不織材料に、繊維またはフィブリル化フィルムの表面に水性アルコキシル化界面活性剤組成物を塗布することによって親水性を与える方法は、界面活性剤組成物が大部分のアルコキシル化リシノレイン (ricinolein) もしくはアルコキシル化/水素化リシノレインを含むC<sub>18</sub>脂肪酸のアルコキシル化またはアルコキシル化/水素化トリグリセリルエス

テル、または静電防止性化合物と組合せた水溶性ポリアルコキシル化ポリジメチルシロキサン少なくとも80%、または前記アルコキシル化リシノレインもしくはアルコキシル化/水素化リシノレイン0.5~80重量%と、静電防止性化合物と組合せた水溶性ポリアルキレン改質ポリジメチルシロキサン20~99.5重量%を含み、界面活性剤組成物量が繊維またはフィブリル化フィルムの約0.2~2重量%であり、繊維またはフィブリル化フィルムを不織材料に成形することを特徴とする。

界面活性剤組成物が例えばリン酸とアルコールの中和エステル[例えばジー・エイ・ゴールストン社(G. A. Goulston Company)からルロール(Luro) A S-Yとして商取引で入手可能]またはアルコキシル化リン酸塩、カリウム塩、アミン塩およびアルコキシル化アミン塩を含めた、同様な公知のリン酸塩に基づく静電防止剤のいずれかのような静電防止剤0.1~0.3重量%と組合せた、ユニオン カーバイド コーポレーション(Union Carbide Corporation)からY-12230と

-7-

して商取引で入手可能であるようなポリジメチルシロキサンの水溶性エトキシレートであることが好ましい。ユニオン カーバイド コーポレーションからY-12230として入手可能な界面活性剤組成物には、やはりユニオン カーバイド コーポレーションから商標シルウェット(Silwet)、例えばシルウェット7603として入手可能な等価のポリアルキレンオキシド改質ポリジメチルシロキサン50%までを組合せることができる。

界面活性剤組成物の少なくとも80%を占める脂肪酸トリグリセリドのアルコキシル化混合物はひまし油の通常のエステル化、アルコキシル化および任意の水素化によって便利に得られる。トリグリセリド脂肪酸の前記混合物はこの場合にリシノール酸約87%、オレイン酸約7%、リノール酸3%、パルミチン酸2%およびステアリン酸1%を含み、アルコキシル化はポリオキシエチレンによる通常の処理であることが好ましい。他の原料(source)は例えばオレイン酸、リノール酸、ステアリン酸のような1種類以上のC<sub>18</sub>脂肪酸を含

-8-

む異なる混合物を形成することになる。

界面活性剤組成物がヘンケル社(Henkel A. G.)からダコスピン(Dacospin)® 1735 Aとして商取引が入手可能な液状エトキシ化ひまし油またはやはりヘンケル社からスタンテックス(Stantex)® A241として液状で得られる繊維潤滑乳化剤またはヘンケル社からエメリー(Eaery)® 32148または32149として商取引で入手可能な液状の水素化ひまし油であることが便利さのために好ましい。界面活性剤組成物は例えばユニオン カーバイド コーポレーションからY-12230として商取引で入手可能であるような、ポリジメチルシロキサンの水溶性エトキシレート20~99.5重量%と組合せた、脂肪酸トリグリセリドの前記アルコキシル化(好ましくはエトキシ化)混合物から成る。

界面活性剤組成物の量は繊維またはフィブリル化フィルムの0.5~1重量%である。

界面活性剤組成物は連続スパン(continuous spun)繊維、フィラメントまたはフィブリル化フィ

ルムにこれらを界面活性剤組成物の浴に部分的に浸せきした供給ロールすなわち「キス(Kiss)」ロール上で通常に延伸(draw)することによって、または浴中にこれらを浸せきすることによって、または液体を噴霧して乾燥することによって塗布することができる。

上述のような、ウェブおよび不織材料の成形に用いる繊維またはフィルムはアイソタクチックポリプロピレンまたはその技術上認められた疎水性コポリマーおよび/またはその混合物から紡糸またはキャストすることが好ましく、紡糸溶融物(spin melt)は約 $3 \times 10^5$ から約 $5 \times 10^5$ までの範囲内の重量平均分子量、約5.0~8.0の分子量分布、約2.5~約4.0g/分の溶融流量を有するのが好ましく、紡糸温度は約220℃~300℃の範囲内であることが好ましい。

不織材料の形成に用いたウェブは例えば接着結合剤、加熱カレンダーロールまたはニードル穿刺のような、繊維またはフィブリル化フィルムから不織材料の形成に用いられる周知の結合方法によつ

て通常形成される。

本発明による方法は、例えばステアリン酸カルシウムのようなpH安定剤、酸化防止剤、崩壊剤、白色体質顔料を含めた顔料、例えばTiO<sub>2</sub>のような着色剤のような、ポリオレフィン含有樹脂の紡糸溶融物に通常混入されるまたは繊維もしくはフィブリル化フィルムに局部的に塗布される添加剤の使用を妨げない。一般にこのような添加剤の量は処理した材料の重量を基準にして約0.1~3重量%の範囲内で変化する。

次の例は本発明をさらに説明するものであり、限定するものではない。下記のテストを実施し、結果は表に報告する：

「シンク時間(sink time)」(液体吸収時間)：各フィラメントの5gサンプルを同じ3gメッシュバスケット中にゆるく充てんする(ASTM方法D-1117-79に従う)、反復処理後のシンク時間すなわち潜水時間(submergence time)の増加は親水性度の低下を表す。

「しみ通り時間(strike-through time)」は合

-11-

成尿(syn-urine)5mlが不織布の単層を通して吸収性紙(沓紙)パッドに吸収されるまでに要する時間(秒)である。

「しみ通り時間/再濡れ」または「しみ通り時間再濡れ」は最初液体5mlと新しい吸収性紙によってしみ取り時間テストを実施し、次に同じ液体10mlの連続添加が不織布を通過するのに要する時間を測定し、時間(秒)を指定欄に報告する。各添加後に、吸収性パッドを不織布の上部の3.63Kg(8lb)の重し下に置き、濡れたパッドから不織布を通して上部パッド中に戻される液体重量(g)を測定することによって、「再濡れ」値を求める。すでに述べたように、各濡れは「インサルト」と呼ぶことにする。

本発明を次の例と表によってさらに説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

#### 例1

A. 2バッチのアイソタクチックポリプロピレンを1 1/2"押出機を通して供給し、2.10孔の紡糸口金を用いて285℃において通常に紡糸し、

空冷し、生成した連続2.5dpfと3.0dpfバッチフィラメントを、ユニオンカーバイドからY-12230として商取引で入手されるエトキシ化ポリジメチルシロキサンをジー・エイ・ゴールストーン社から商取引で入手されるロールAS-Y約1重量%と共に含む改質剤組成物のタンク中に一部浸せきした供給ロールまたはギスロール上に通した。2バッチはそれぞれ0.87重量%と0.36重量%の改質剤組成物を局部的に塗布するように、期間と速度を変えて製造する。生成した紡糸ヤーン(spin yarn)を延伸し、クリンパー(crimper)に通し、仕上剤(finish)で局部的に処理し、1.5"ステープルに切断し、次にカードして約20g/Yd<sup>2</sup>の重量のウェブを形成し、165℃においてルーチンにカレンダー結合させる。各テスト不織材料を切断して、湿润液体として合成尿[ペンシルバニア州キャンピルのジャイコファーマスーチカルカンパニー(Jayco Pharmaceutical Company)から入手される水性商品]を用いた、通常のしみ通りテストと再濡れテスト用のS-1, S-2, S-

-12-

3と名づけたテストストリップを作製した。結果は下記の第1表に報告する。平均的な幾つかの2.5dpf対照サンプル(C-1)を、局部的に塗布する改質剤組成物を用いないこと以外は、同様に作製し、対応する不織材料をテストし、第1表に報告する。

-15-

第1表  
熱結合布帛  
局部処理

サンプル	デニール (dpf)	仕上げ	レベル	インサルト		再濡れ
				再濡れ	時間(秒)	
S-1	2.5	Y-12230/0.5% ASY	0.87%	1	1.2	0.11
			0.87%	2	1.1	0.10
			0.87%	3	1.2	0.10
			0.87%	4	1.6	0.11
			0.87%	5	2.4	0.11
S-2	3.0	Y-12230/0.5% ASY	0.36%	1	1.0(*1)	0.11
			0.36%	2	178.5	0.11
			0.36%	3	56.3	0.11
			0.36%	4	108.3	0.11
			0.36%	5	15.4	0.10
S-3	2.5	Y-12230/0.5% ASY	.34	1	1.3	.16
			.34	2	21.8	.13
			.34	3	20.3	.13
			.34	4	28.1	.13
			.34	5	152.4	.12
C-1	2.5	改質剤なし	0	1	1.6	.10
		改質剤なし	0	2	300	.10

\* 1. 矛盾した結果は紡糸湿潤剤の汚染によると考えられる。

B. 3 dpf 紡糸繊維をバッチ別に、例 1 A に述べたようなポリプロピレン繊維と紡糸装置を用いて製造し、これに

1. 50% Y-12230/50% シルウェット® 7603,
2. デコスピン® と 1735A, または
3. スタンテックス® A241

をキスホイールによってそれぞれ局部塗布し、処理した繊維を前述のように風乾した。各バッチからの 1.5 インチ非クリンプト ステープル繊維 (uncrimped staple fiber) 5g を ASTM 方法 D-1117-79 によるシンク時間テストのために同じ 3g メッシュバスケットにゆるく充てんする。合成尿 (Syn-urine) による反復インサルト後のシンク時間の増加 [すなわち浸せき時間の増加] は塗布した湿潤剤の洗い出しまたは浸出と対応する、好ましい親水性の低下の結果として解釈される。テスト結果はサンプル S-4, S-5, S-6 として第 2 表に報告し、改質組成物を用いない紡糸ポリプロピレン 5g を有する対照対照は第 2 表に C-3 として報告する。

-17-

第 2 表

再濡れ可能なポリプロピレン紡糸ヤーン

局部処理

サンプル	繊維 (dpf)	仕上げ	改質剤組成物	シンク	
				インサルト	時間(秒)
S-4	3.0	50% Y12230 50% Silwet 7603	2.0%	1	1
				2	1
				3	3
				4	2
				5	3
S-5	3.0	Dacospin 1735A	1.0%	1	2
				2	7
				3	10
				4	22
				5	34
S-6	3.0	Stantex A241	1.6%	1	2
				2	15
				3	15
				4	14
				5	10
C-3	2.5	---	---	1	1.1
				2	4.0
				3	60.0
				4	600.0

-18-



手続補正書

平成 2年 9月 13日

特許庁長官 植松 敏 殿



1. 事件の表示

平成2年特許願第202345号

2. 発明の名称

不織材料の親水性化方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所

名 称 (742) ハーキュルス・インコーポレーテッド

4. 代 理 人

住 所 東京都千代田区大手町二丁目2番1号

新大手町ビル 206区

電 話 270-6641~6

氏 名 (2770) 弁理士 湯 浅 恭 三



5. 補正の対象

出願人の代表者名を記載した願書

委任状及訳文

タイプ印番により浄書した明細書

6. 補正の内容

別紙の通り (尚、明細書の内容には変更なし)



**US PATENT & TRADEMARK OFFICE****PATENT FULL TEXT AND IMAGE DATABASE**

( 1 of 1 )

United States Patent

**5,045,387**

Schmalz

September 3, 1991

Rewettable polyolefin fiber and corresponding nonwovens

**Abstract**

A method for imparting and retaining hydrophilicity and liquid strike-through properties within an essentially hydrophobic polyolefin-containing nonwoven material and the corresponding fiber, fibrillated film, and nonwoven product thereof, whereby essentially hydrophobic polyolefin-containing fiber or film is topically treated with an effective amount of one or more of a water soluble polyalkoxylated polydimethylsiloxane, an alkoxylated ricinolein with certain fatty acids, or corresponding hydrogenated derivatives thereof.

Inventors: Schmalz; A. Chandler (Conyers, GA)

Assignee: Hercules Incorporated (Wilmington, DE)

Appl. No.: 386316

Filed: July 28, 1989

Current U.S. Class:

442/119; 428/375; 428/391; 428/394; 428/447; 428/448;  
442/170

Intern'l Class:

B32B 027/00

Field of Search:

428/284,286,288,289,290,375,391,394,447,448

**References Cited [Referenced By]****U.S. Patent Documents**

<u>3426754</u>	Feb., 1969	Bierenbaum et al.	428/315.
<u>3853601</u>	Dec., 1974	Taskler	117/98.
<u>3922462</u>	Nov., 1975	Katz et al.	428/290.
<u>3929509</u>	Dec., 1975	Taskler	136/146.
<u>3968317</u>	Jul., 1976	Dumas	428/514.
<u>3975348</u>	Aug., 1976	Christena	523/523.
<u>4303456</u>	Dec., 1981	Schmuck et al.	428/290.
<u>4312914</u>	Jan., 1982	Guth	428/290.
<u>4361611</u>	Nov., 1982	Schafer	428/96.
<u>4447570</u>	May., 1984	Cook et al.	428/288.
<u>4504541</u>	Mar., 1985	Yasuda et al.	428/290.
<u>4536446</u>	Aug., 1985	Hsu et al.	428/375.
<u>4578414</u>	Mar., 1986	Sawyer et al.	524/375.
<u>4668406</u>	May., 1987	Chang	428/289.
<u>4680203</u>	Jul., 1987	Maki et al.	427/393.

<u>4721655</u>	Jan., 1988	Trzasko et al.	428/530.
<u>4743470</u>	May., 1988	Nachtkamp et al.	428/290.
<u>4764418</u>	Aug., 1988	Kuenn et al.	428/284.
<u>4828911</u>	May., 1989	Morman	428/288.
<u>4885204</u>	Dec., 1989	Bither et al.	428/286.
<u>4904522</u>	Feb., 1990	Markusch	428/288.

## Foreign Patent Documents

0325543	Jul., 1989	EP.
0117562	Jul., 1982	JP.
0265915	Nov., 1988	JP.

*Primary Examiner:* Lesmes; George F.

*Assistant Examiner:* Pawlikowski; Beverly A.

*Attorney, Agent or Firm:* Crowe; John E.

---

### Claims

---

What is claimed is:

1. A nonwoven material formed from one or more webs of polyolefin fiber, fibrillated film or combination thereof, having applied thereon an effective amount of a modifier composition comprising at least one of

(a) a component containing alkoxyated ricinolein with up to about 15%, by weight of modifier composition, of an 18 carbon fatty acid;

(b) a corresponding hydrogenated derivative of component (a); and

(c) a polyalkoxyated polydimethylsiloxane having up to about 80% by weight of modifier composition, of component (a), (b) or combination thereof.

2. The nonwoven material of claim 1, wherein the polyolefin-containing fiber and/or fibrillated polyolefin-containing film in said webs comprise at least one polypropylene homopolymer or copolymer, and the modifier composition is an ethoxylate of ricinolein in combination with about 7% to 10%, by weight of modifier composition, of oleic and/or linoleic acid.

3. The nonwoven material of claim 1, wherein about 0.5% to 2% modifier composition, by web weight, is topically applied onto the sheath component of a polyolefin sheath/core bicomponent fiber within said webs.

4. The nonwoven material of claim 1, wherein about 0.5% to 2% modifier composition, by web weight, is topically applied onto homogeneous fiber and/or fibrillated film comprising said webs.

5. The nonwoven material of claim 1, wherein said webs comprise polyolefin-containing fiber having a denier range of about 0.1 dpf to about 40 dpf.

6. The nonwoven material of claim 5 comprised of at least one web containing polyolefin fiber having at least one of a delta, trilobal, diamond, or circular cross-sectional configuration.

7. A nonwoven material of claim 1 wherein the fiber, fibrillated film or combination is treated with neutralized phosphoric acid alcohol ester.

8. A polyolefin-containing fiber or fibrillated film having coated thereon an effective amount of a modifier composition comprising at least one of

(a) a component containing alkoxyated ricinolein with up to about 15%, by weight of modifier

composition, of an 18 carbon fatty acid;

(b) a corresponding hydrogenated derivative of component (a); and

(c) a polyalkoxylated polydimethylsiloxane; having up to about 80% by weight of modifier composition, of one or more of component (a), (b), or combination thereof.

9. A fiber or film of claim 17 wherein the modifier composition comprises at least one compound represented by the formula ##STR4## combined with up to about 15%, by weight of modifier composition, of at least one fatty acid selected from the group consisting of oleic, linoleic, stearic and palmitic acid; and/or ##STR5## combined with up to about 15% by weight of modifier composition, of a saturated 18 carbon fatty acid; wherein R is individually defined as an acyl derivative of ricinoleic acid; ##STR6## Alk is a methylene chain of 2-4 carbon atoms; and n and m are individually defined as a positive number of about 1-10.

10. The fiber or film of claim 17, wherein the modifier composition comprises ethoxylated polydimethylsiloxane in combination with about 0.5%-80%, by weight of modifier composition, of ethoxylated castor oil with an active amount of an antistat agent.

11. The fiber or film of claim 17, wherein about 0.5% to 2% modifier composition, by weight, is topically applied onto the sheath component of polyolefin sheath/core bicomponent fiber.

12. The fiber of claim 8 comprised of at least one of a delta, trilobal, diamond, or circular cross-sectional configuration.

13. Fiber or fibrillated film of claim 8 wherein fiber or fibrillated film is treated with a neutralized phosphoric acid alcohol ester.

14. A nonwoven material formed from one or more webs of polyolefin-containing fiber, fibrillated film, or combination thereof, having applied thereon an effective amount of a modifier composition comprising at least one of

(a) a component containing alkoxylated ricinolein with up to about 15%, by weight of modifier composition, of an 18 carbon fatty acid;

(b) a corresponding hydrogenated derivative of component (a); and

(c) a polyalkoxylated polydimethylsiloxane in combination with about 0.5%-80% by weight of component (a), (b) or combination thereof.

15. The nonwoven material of claim 14 wherein the modifier composition comprises at least one compound represented by the formula ##STR7## combined with up to about 15%, by weight of modifier composition, of at least one fatty acid selected from the group consisting of oleic, linoleic, stearic and palmitic acid; and/or ##STR8## combined with up to about 15%, by weight of modifier composition, of a saturated 18 carbon fatty acid; wherein R is individually defined as an acyl derivative of ricinoleic acid; ##STR9## Alk is a methylene chain of 2-4 carbon atoms; and n and m are individually defined as a positive number of about 1-10.

16. The nonwoven material of claim 14, wherein the modifier composition comprises ethoxylated polydimethylsiloxane in combination with about 0.5%-80%, by weight of modifier composition, of ethoxylated castor oil with an active amount of an antistat agent.

17. A polyolefin-containing fiber or fibrillated film having coated thereon an effective amount of a modifier composition comprising at least one of

(a) a component containing alkoxylated ricinolein with up to about 15%, by weight of modifier composition, of an 18 carbon fatty acid;

(b) a corresponding hydrogenated derivative of component (a); and

(c) a polyalkoxylated polydimethylsiloxane in combination with about 0.5%–80%, by weight of component (a), (b) or combination thereof.

---

### *Description*

---

The present invention relates to a method for imparting sustainable hydrophilic properties to essentially hydrophobic polyolefin-containing fiber, fibrillated film, webs thereof and corresponding nonwoven material, by topically applying a defined modifier composition.

### BACKGROUND

While the manufacture and various uses of polyolefin-based fiber, webs and corresponding nonwoven materials are well known in the textile art, attempts to broadly apply such knowledge to produce products in the area of personal hygiene, such as cover stocks for catamenial devices, disposable diapers, incontinence pads and the like, have met with somewhat limited success.

In general, such products must have a fluid-absorbent core, usually comprising one or more layers of absorbent material such as wood pulp, rayon, gauze, tissue or the like, and, in some cases, synthetic hydrophilic material such as a polyurethane foam.

The fluid-absorbing product is generally provided in the form of a thermally bonded pad, of wood pulp, fiber and/or conjugate fiber, which may have a rectangular or somewhat oval shape. To protect clothing, and surrounding areas from being stained or wetted by fluids absorbed in the pad, it is generally backed by a fluid-impervious barrier sheet.

To enhance a sense of comfort, such absorbent core generally also has a facing of cover stock material which masks at least the body-facing surface of the product. The purpose of this cover is two-fold, namely (1) to help to structurally contain the loosely packed core of absorbent material and (2) to protect the wearer from continuous direct contact with moisture from previously wetted absorbent material. The facing or cover stock must, therefore, be pervious to fluids on the side of the product that is placed against the body, actively promoting the immediate transfer of each fluid application or insult directly into the absorbent core, and yet itself be essentially nonabsorbent. It is also necessary to minimize lateral migration of fluid along the cover stock surface even after repeated insults, and for the surface to continue to feel smooth and soft to the touch. Certain additional characteristics are also sometimes desired, such as visual opacity plus specific coloring or luster on the outer surfaces and the acceptance of designs.

In order to obtain many of the above-listed characteristics, however, it is imperative that cover stocks utilizing essentially hydrophobic polymeric material such as polyolefins, be made relatively hydrophilic and have the above-noted continuing ability to pass aqueous fluids through to an absorbent core, even after several insults (i.e. wettings) without wash out or leach out of hydrophilic-promoting agents. This is particularly important, in the case of diaper cover stock, to avoid lateral liquid migration and side leakage, and to minimize any interference with fabric bonding steps which would cause a reduction in wet strength of the final product.

Based on prior teaching in the paper-making art, it is known that short term hydrophilicity can be imparted to essentially hydrophobic polymers such as polyolefin fiber by using flash evaporation techniques and treating the resulting fiber or filament with hydrophilizing agents such as polyvinyl alcohol or various nitrogen-containing water-soluble polymers (ref. U.S. Pat. Nos. 4,156,628, 4,035,229, 4,082,730, 4,154,647, 4,156,628, 4,035,229, 4,273,892 and 4,578,414).

For personal hygiene purposes, however, a general lack of resistance to wash out among most art-recognized hydrophilic-promoting additives, plus interference with web-bonding properties justifies continuing efforts to improve long term hydrophilicity. Such efforts have, more recently included incorporating alkoxylated alkylphenols or corresponding polyoxyalkylenes into spun melt compositions

(ref. U.S. Pat. No. 4,578,414). Serious high speed spinning, bonding, and fluid retention problems remain, however.

It is an object of the present invention to more effectively utilize inert hydrophobic polyolefin-containing nonwoven materials in the area of personal hygiene.

It is a further object of the present invention to efficiently utilize polyolefin-containing webs comprised of one or more of fiber, and fibrillated film within cover stock.

It is a still further object to obtain and retain hydrophilicity and liquid strike through properties in strong well bonded nonwoven hydrophobic materials utilizing polyolefin component.

## THE INVENTION

It is now found that acceptable hydrophilicity and liquid pass through properties of nonwoven materials, particularly those comprised of essentially hydrophobic polyolefin-containing web(s) of fiber and fibrillated film, or combination thereof can be obtained and retained for an extended period by applying an effective amount, inclusive of about 0.5%–2% by web weight, of a modifier composition comprising at least one of

(a) a component containing alkoxyated ricinolein with up to about 15%, by weight of modifier composition, of an 18 carbon fatty acid;

(b) a corresponding hydrogenated derivative of component (a); and

(c) a polyalkoxyated polydimethylsiloxane having up to about 80% by weight of modifier composition, of one or more of component (a) (b) or combination thereof carding and forming webs in a conventional manner from corresponding composition-treated polyolefin-containing staple fiber, fibrillated film, or combination thereof and bonding one or more of said webs in an art-recognized manner, to obtain a desired nonwoven material.

The above-described modifier composition components are further conveniently described in formula form as at least one alkoxyated compound within the formula. ##STR1## combined with up to about 15%, by weight of modifier composition, of at least one fatty acid selected from oleic, linoleic, stearic and palmitic acid; and/or ##STR2## combined with up to about 15%, by weight of modifier composition, of at least one fatty acid selected from stearic acid and oleic acid; wherein R is individually defined as an acyl derivative of ricinoleic acid; ##STR3##

Alk is a methylene chain of 2–4 carbon atoms and preferably a —CH<sub>2</sub>—CH<sub>2</sub>—group; and

n and m are individually defined as a positive number of about 1–10.

Included within the above-defined modifier composition are components such as an ethoxylate of ricinolein (i.e. an ethoxylated glyceride of a major castor oil component) and/or a water soluble ethoxylate of polydimethylsiloxane, an example of the latter being commercially obtainable from Union Carbide Corporation as a product identified as "Y-12230".

Also of interest, for purposes of the present invention, are mixtures of Y-12230 with about 0.5%–80%, by weight of modifier composition, of an ethoxylate of ricinolein in combination with about 7% to 10%, by weight of oleic and/or linoleic acid, or 7% to 10%, by weight of corresponding saturated 18 carbon fatty acid(s), such as stearic and palmitic acid. Castor oil is found to provide a convenient source for the above-required precursors, which can be conventionally alkoxyated and hydrogenated to obtain the "(b)" and "(c)" components as above defined.

For present purposes the term "effective amount" as here utilized is construed as falling within a range of about 0.2% to about 2% based on fiber, film or combined weight and preferably about 0.5%–1% by weight.

Also useful, for present purposes, is the inclusion of about 0.1%–0.3% by wt. of an antistat agent or spin finish such as a neutralized phosphoric acid alcohol ester obtainable commercially as Lurol AS-Y (a product of G. A. Goulston Company), particularly in combination with the above-defined "(c)" component.

Continuous spun fiber or filaments used to form webs preferably comprise topically treated staple fiber or filament of bicomponent or monofilament types, or fibrillated film, which can be conventionally drawn over a feed or kiss roll partially immersed in a bath of the above-defined modifier composition, dipped therein, or sprayed in effective amount for fiber processing, and dried.

The fiber or films used to form webs and nonwovens, as described, are preferably spun or cast from isotactic polypropylene, art-recognized hydrophobic copolymers or mixtures thereof, the spin melt conveniently having a weight average varying from about 3.times.10<sup>5</sup> to about 5.times.10<sup>5</sup>, a molecular weight distribution of about 5.0–8.0, a melt flow rate of about 2.5 to about 4.0 g/10 min., plus a spin temperature conveniently within a range of about 220.degree. C.–300.degree. C.

For present purposes, the above-defined modifier composition is best applied topically in liquid commercially obtainable form, for instance, as Dacospin.RTM. 1735A, Stantex.RTM. A-241.sup.(\*)1 and/or Y-12230.sup.\*2. The above parameters can be modified, if necessary, to favor particularly desired characteristics such as increased wet strength or softness, adaptability for high speed production of the fiber or fabric and the like.

\*1 Commercial products of Henkel A. G. \*2 A commercial product of Union Carbide.

For present purposes, webs used to form nonwovens within the scope of the present invention can be conventionally formed by utilizing melt blown, spun bonded or a Dry carded process using cut staple fiber bonded together using usual art-known bonding techniques, inclusive of adhesive binders (U.S. Pat. No. 4,535,013), heated calender rolls, hot air, sonic, laser, pressure bonding, needle punch, and the like.

Hydrophilic-induced fiber and webs used to fabricate nonwoven material, such as cover stock, can also usefully comprise conventional sheath/core or side-by-side bicomponent fiber or filament, alone or combined with treated or untreated homogenous-type fiber or filament and/or fibrillated film.

Also within the scope of the present invention is the use of nonwovens comprised of one or more bonded webs of modifier-treated polyolefin fiber and/or fiber-like (fibrillated film) components having a mixed fiber denier of homogeneous and/or bicomponent types, generally not exceeding about 40 dpf. Such webs preferably utilize fiber or filaments within a range of about 0.1–40.0 dpf.

In addition, the resulting nonwoven material can be embossed and/or calender printed conventionally with various designs and colors, as desired, to increase loft, augment wet strength, and provide easy market identification.

Further includible within the instant invention are fibers utilizing art-recognized additives conventionally incorporated in the spin melt or topically applied, including pH stabilizers such as calcium stearate, antioxidants, degrading agents, pigments, including whiteners and colorants such as TiO<sub>2</sub> and the like. Generally such additives can individually vary, in amount, from about 0.1%–3% by weight of spin melt.

In addition, webs used in forming nonwovens within the scope of the present invention are generally produced from one or more types of conventionally spun fibers or filaments having, for instance, round, delta, trilobal, or diamond cross sectional configurations.

Nonwoven cover stock of the above-defined types can usefully vary in weight from about 10–45 gm yd.<sup>2</sup> or higher.

The invention is further illustrated, but not limited, by the following Example and Tables:

#### EXAMPLE 1

A. Two batches of isotactic polypropylene are fed through a 1 1/2" extruder and conventionally spun, using a 210 hole spinnerette at 285.degree. C., air quenched, and resulting continuous 2.5 dpf and 3.0 dpf batch filaments passed over a feed or kiss roll partly immersed in a tank of modifier composition comprising ethoxylated poly dimethyl siloxane (obtained commercially from Union Carbide as "Y-12230") together with about 1% by weight of Lurol AS-Y, a neutralized phosphoric acid/alcohol ester as an antistat agent (obtained commercially from G. A. Goulston Incorporated); two batches are prepared varying in duration and speed so as to topically apply 0.87 wt. % and 0.36 wt. % of the modifier composition respectively. The resulting spin yarn is drawn, passed through a crimper, topically treated with finish, chopped to 1.5" staple, then carded into webs weighing about 20 g/yd.sup.2, and routinely calendar bonded at 165.degree. C. to obtain test nonwoven materials. The respective test nonwovens are cut into test strips identified as S-1, S-2 and S-3 for conventional strike through and rewet tests using Syn-urine (\*3) as the wetting fluid. Test results are reported in Table I below. An average of several 2.5 dpf control samples (C-1) are identically prepared, except for the absence of topically applied modifier composition, and the corresponding non-woven tested and reported in Table I.

(\*3) Syn-urine is obtained commercially from Joyce Pharmaceutical Company of Camp Hill, Penn.

TABLE I

THERMAL BONDED FABRIC				
TOPICAL TREATMENT				
Samples	Denier (dpf)	Insults Strike-Through		
		Finish	Level	Rewet Time (Sec) Rewets
S-1	2.5	Y-12230/0.5% ASY	0.87%	
				1 1.2 0.11
				0.87%
				2 1.1 0.10
				0.87%
				3 1.2 0.10
				0.87%
				4 1.8 0.11
				0.87%
				5 2.4 0.11
S-2	3.0	Y-12230/0.5% ASY	0.36%	
				1 1.0 (*4) 0.11
				0.36%
				2 178.5 0.11
				0.36%
				3 56.3 0.11
				0.36%
				4 108.3 0.11
				0.36%
				5 15.4 0.10
S-3	2.5	Y-12230/0.5% ASY	.34	
				1 1.3 .16
				.34 2 21.8 .13
				.34 3 20.3 .13
				.34 4 28.1 .13
C-1	2.5	No Modifier	.34	
				5 152.4 .12
				0 1 1.6 .10
		No Modifier	0	
				2 300 .10

(\*4) Inconsistent results believed due to contaminated spin lubricant



B. 3 dpf spun fiber is conventionally prepared by batch, using polypropylene fiber and a spinning device as described in Example IA, to which

1. 50% Y12230/50% Silwet.RTM. 7603, or
2. Dacospin.RTM. and 1735A, or
3. Stantex.RTM. A241

are respectively topically applied using a kiss wheel, and the treated fiber air dried as before. Five (5) gram samples of 1.5 inch uncrimped staple fiber from each batch are loosely packed into identical 3 gram mesh baskets for sink-time tests in accordance with ASTM Method D-1117-79, whereby an increase in sink time (i.e., increase in time of submergence) after repeated insults by Syn-urine(\*3) is interpreted as the result of a wash out or leach out applied of wetting agent and corresponding loss in desired hydrophilic properties. Test results are reported in Table 2 as Samples S-4, S-5, and S-6 and the corresponding control, having 5 gm of the spun polypropylene without modified composition, is reported as C-3 in Table 2.

TABLE 2

REWETTABLE POLYPROPYLENE SPIN YARN					
TOPICAL TREATMENT					
Fiber		Sink			
Samples					
(dpf)					
Type	Finish				
	Modifier	Composition	Insults		
			Time (Sec)		
S-4	3.0	50% Y12230			
		2.0%	1	1	
		50% Silwet 7603	2	1	
			3	3	
			4	2	
			5	3	
S-5	3.0	Dacospin 1.0%	1	2	
		1735A	2	7	
			3	10	
			4	22	
			5	34	
S-6	3.0	Stantex 1.6%	1	2	
		A241	2	15	
			3	15	
			4	14	
			5	10	
C-3	2.5	—	1	1.1	
			2	4.0	
			3	60.0	
			4	600.0	

\*\*\*\*\*

Images

View Shopping Cart

Add to Shopping Cart

Hit List

Top

Home

Boolean

Manual

Number

Help